19 FRENCH REPUBLIC

11 Publication No.

2 673 571

NATIONAL INSTITUTE OF

(For copies only)

INDUSTRIAL PROPERTY

21 National registration No. 91 0274()

**PARIS** 

51 Int. Cl6: B 29 C 67/14, 45/14B 29 K 101:10

12

## **PATENT**

В

54 PROCESS FOR MANUFACTURING LAMINATED MATERIAL CONSISTING OF FIBROUS REINFORCEMENT SATURATED WITH THERMOHARDENING RESIN

22 Date of filing: 03-07-91

30 Priority:

43 Date of publication of the application: 09-11-92 Bulletin 92/37

45. Date of publication of the patent: 09-16-94 Bulletin 94/37

56 List of documents cited in the preliminary research report: See at the end of the present document

60 References to other similar national documents:

71 Applicant(s): ACB - Société Anonyme - FR.

72 Inventor(s): Philippe BLOT – François LEMOINE

73 Assignee(s):

74 Legal representative(s): SOSPI GOSSE MICHEL

Process for manufacturing laminated material consisting of fibrous reinforcement saturated with thermohardening resin

1

The present invention concerns a process for manufacturing laminated material consisting of fibrous reinforcement such as glass fabric, sheets, etc... saturated with thermohardening resin.

One known process consists in placing, inside a mold, the reinforcement fabric presaturated with resin, and then submitting it to pressure on top of the mold, for example using a sealed membrane, placed on top of joints, on top of the mold, and to create vacuum under the saturated fabric. The pressure exerted on the fabric is then at most equal to atmospheric pressure, but it is also known to place such a set in an enclosed chamber that is under pressure, such as an autoclave for example, thus making it possible to obtain higher pressure that is more controllable. Polymerization is also obtained with the autoclave.

This process is expensive because the pre-saturated fabric, obtained directly from suppliers, is expensive, and because much caution is required for storage and manipulation.

Of course, it is also possible to use dry fabric, which is then saturated with resin, only once said fabric has been placed in the mold. However, for items requiring adequate quality mechanical properties, such as for items used in aeronautics, saturation needs to be of high quality, and the use of pre-saturated fabric ensures such improved levels of saturation. Likewise, in view of obtaining adequate quality, polymerization of the whole laminated material is required to occur under sufficient pressure to obtain adequate compaction and to minimize internal porosity, which the autoclave enables, although it is an expensive process.

According to another known process, a sealed two-piece mold is used. The fabric is placed inside the mold, and once closed, the resin is injected inside the mold where vacuum is created so that the resin is sucked inside via negative pressure. The process of injecting resin under pressure is also known.

This process affords very good saturation, but compaction is low. When resin is injected under pressure, the cost of a sealed mold, which is resistant to pressure, is high. Additionally, in this case, the amount of resin compared to the fabric or fibers is too high, and it does not yield, for such applications as aeronautics, sufficiently specific resistance and rigidity.

15 .

10

5

25

30

The purpose of the present invention is to provide a process enabling to obtain adequate saturation, adequate compaction of the material and a relatively low volume rate of the resin compared to the fibers, less that 45%, with the proposed process being relatively low cost.

The purpose of the invention is also a process for the manufacturing of laminated material, consisting of fibrous reinforcement saturated with thermohardening resin, characterized in that:

- a) the reinforcement is placed inside a mold;
- b) the mold is closed with a flexible membrane, which forms the bottom of a lid to which it is connected in a sealed manner;
- c) vacuum is created between the flexible membrane and the mold,
- d) saturation resin is injected into the mold, between the mold and the flexible membrane;
- e) under pressure of a few bars, fluid is sent into the lid, that is, inside the chamber surrounded by the lid and the flexible membrane at the bottom, which is closing the mold, while letting all excess resin out via the resin injection and vacuum suction channels.

Thus, the process according to the invention enables both to obtain excellent saturation due to the injection of resin in a vacuum, without using a counter-mold, but rather a simple lid, equipped with a membrane that may be used for all sorts of mold shapes, and to obtain adequate compaction due to pressure that is exerted evenly, and in all directions, using the flexible membrane, and a low volume rate of resin.

According to the uses of the manufactured laminated material, polymerization arising with operation e), during compaction, occurs at room temperature, or, on the contrary, at a temperature that is equal to, or higher than, the maximum temperature of use of the extrusion, for example at 200°C for aeronautics items.

Polymerization under thermal conditions may for example occur when the equipment is placed in a combination oven-drying cabinet, or using a heating mold, or using a hot fluid such as the pressure fluid during operation e).

A description of the invention follows in reference to the appended drawings, consisting of figures 1 to 6, and showing the various stages of the process.

15

10

5

20

30

Figure 1 shows a mold 1 placed on a base 2. The mold 1 comprises a channel 3 enabling a connection to the vacuum pump, and channels 4 for injecting the resin. Above the mold 1, there is a lid 5, the bottom of which is tightly sealed with a flexible elastomer membrane 6. The lid comprises an opening 7, equipped with connector 8, enabling connection to the input channel for fluid under pressure. A joint made of elastomer 9 creates a seal with the flexible membrane 6, when the mold 1 is closed with lid 5.

In Figure 1, the mold is thus illustrated open with the reinforcement sheets 10 placed inside the mold.

The mold is then closed as in Figure 2, where the flexible membrane then rests on joint 9, thus sealing the mold.

In Figure 3, a vacuum is created in the mold 1, between the mold and the flexible membrane 6, with suction occurring via channel 3, connected to an un-represented vacuum pump.

Channels 4 are connected to an un-represented input conduit for the resin, equipped with a un-represented valve, in a closed position. Symbolically, a cap 11 is shown to represent the closed valve.

Vacuum is thus created in the mold, and atmospheric pressure applies the flexible membrane 6 against the reinforcement sheets 10. Eventually, fluid is sent, via connector 8, under pressure that is slightly above atmospheric pressure (PA +  $\Delta$  P).

Then, in Figure 4, while maintaining a vacuum via channel 3, the resin injection valve is opened, letting in the resin via channels 4. The injection pressure Pi is slightly higher than atmospheric pressure, and via connector 8, pressure that is slightly higher than said injection pressure Pi, is maintained between the flexible membrane 6 and the lid 5.

The resin fills the entire space between the mold and the flexible membrane 6, perfectly saturating the folds of the reinforcement sheets 10. The resin is distributed all around the inside of the mold 1, for example via a peripheral channel 12.

Then, in Figure 5, fluid under pressure P of a few bars is sent via connector 8 to ensure adequate compaction of the material, with the excess resin exiting via channels 3 and 4, and the vacuum pump obviously disconnected from channel 3.

According to the uses of the laminated material, polymerization occurs at room temperature, or if necessary, for example for aeronautics applications, polymerization occurs

20

25

30

5

10

under thermal conditions, for example at 180°C, while maintaining pressure P of a few bars, to the order of 3 to 6 bars for example.

To this effect, the fluid under pressure sent via connector 8 may correspond to a hot fluid. Otherwise, the mold and mold lid may be placed in a combination oven-drying cabinet, or the mold is a heating mold.

Once the polymerization is complete, the mold is opened and the laminated material 13 is extracted.

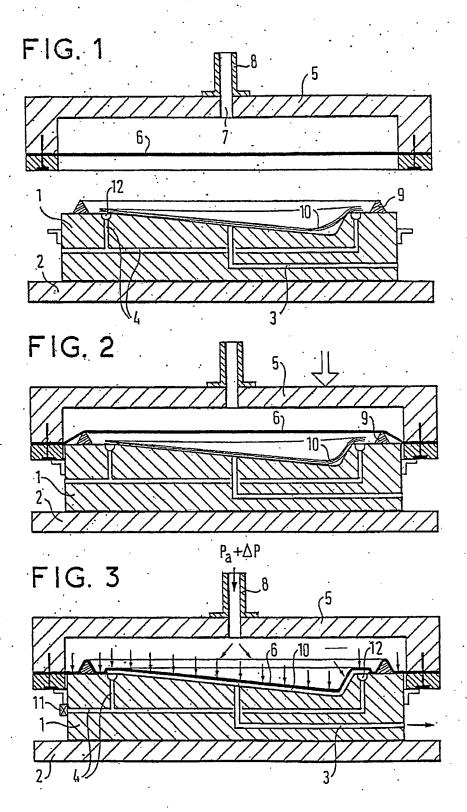
This process enables manufacture of material that is well-compacted, with a well-controlled amount of resin.

## **CLAIMS**

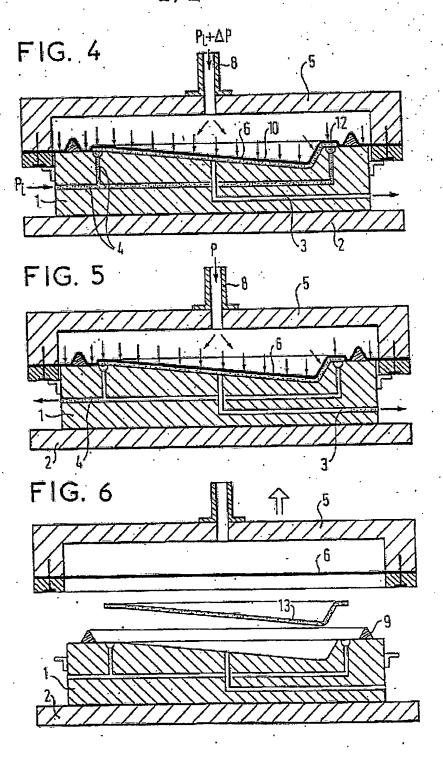
- 1. Process for manufacturing laminated material (13) consisting of fibrous reinforcements (10) saturated with a thermohardening resin, characterized in that:
  - a) the reinforcements (10) are placed inside a mold (1),
  - b) the mold is closed with a flexible membrane (6), which forms the bottom of a lid (5), to which it is connected in a sealed manner,
  - c) vacuum is created between the flexible membrane (6) and the mold (1),
  - d) saturation resin is injected into the mold, between the mold and the flexible membrane,
  - e) under pressure P of a few bars, fluid is sent into the lid, that is, inside the chamber surrounded by the lid, and the flexible membrane at the bottom, which is closing the mold, while letting all excess resin out via the resin injection and vacuum suction channels, with this operation being carried out under thermal conditions.
- 2. Process according to Claim 1, characterized in that for this operation, the equipment is placed in a combination oven-drying cabinet.
- 3. Process according to Claim 1, characterized in that the fluid used during suction under e) is a hot fluid.
- 4. Process according to Claim 1, characterized in that the mold that is used is a heating mold.

10

5



2/2



			•	•
	19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE	(à n'utiliser d	ublication :	2 673 57
	INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE	commandes	de reproduction) egistrement natio	nal: 91 0274
		(51) Int Ci*:	B 29 C 67/14, 45/	14B 29 K 101:10
			· ·	
	BREVET D'INVENTION			
	PROCEDE DE FABRICATION D'UN STRA NES DE RESINE THERMODURCISSABLE	TIFIÉ CONSTITU	JE DE RENFORTS	FIBREUX IMPREG-
	22) Date de dépôt : 07.03.91.	60 Réfé appa	érences à d'autre arentés :	s documents nationau
			•	
		(71) Dem	nandeur(s) · ACB	Société AnonymeFR.
				Societe AllonymeFH.
	43) Date de la mise à disposition du public de la demande : 11.09.92 Bulletin 92/37.	72 Inve	nteur(s) : BLOT P NCOIS	HILIPPE - LEMOINE
	Date de la mise à disposition du public brevet d'invention : 16.09.94 Bulletin 94/37		VCOIS	
- B1	56) Liste des documents cités dans le rappo de recherche :	t		
571		73 Titula	alre(s) :	· .
673	Se reporter à la fin du présent fascicule	(74) Mand	atalea(a) - CCCC	
N	· .	·	ataire(s) : SOSPI	GUSSE MICHEL

## Procédé de fabrication d'un stratifié constitué de renforts fibreux imprégnés de résine thermodurcissable

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un stratifié constitué de renforts fibreux tels que des tissus de verre, nappes, etc..., imprégnés de résine thermodurcissable.

Un procédé connu consiste à déposer dans un moule les tissus de renfort préimprégnés de résine, puis à les soumettre à une pression, par exemple en utilisant une membrane étanche déposée sur des joints sur le dessus du moule et à faire le vide sous les tissus imprégnés. La pression exercée sur les tissus est alors au maximum la pression atmosphérique, mais il est connu également de placer un tel ensemble dans une enceinte sous pression, dans un autoclave par exemple, permettant ainsi d'obtenir des pressions plus élevées et réglables. La polymérisation est obtenue également dans l'autoclave.

Ce procédé est assez coûteux, car les tissus préimprégnés, directement par les fournisseurs, sont chers, leur stockage et leur manipulation nécessitent beaucoup de précautions.

15

On peut bien entendu utiliser des tissus secs que l'on imprègne de résine une fois seulement déposés dans le moule, cependant pour des pièces nécessitant de bonnes qualités mécaniques, les pièces utilisées en aéronautique par exemple, il est nécessaire que l'imprégnation soit très bonne et l'utilisation de tissus préimprégnés assure une bien meilleure imprégnation. De même, pour obtenir de bonnes qualités, il est nécessaire que la polymérisation de l'ensemble stratifié se fasse sous une pression suffisante de façon à obtenir une bonne compaction et à minimiser les porosités internes, l'utilisation d'un autoclave le permet, mais rend le procédé coûteux.

Selon un autre procédé connu, on utilise un moule étanche en deux parties, les tissus sont placés dans le moule et une fois fermé, on injecte la résine dans le moule mis sous vide, la résine est alors aspirée par la dépression. Il est connu aussi d'injecter la résine sous pression.

Ce procédé assure une très bonne imprégnation, mais une faible compaction. Dans le cas où la résine est injectée sous pression, le coût du moule étanche et résistant à la pression est élevé. En outre, dans ce

cas, le taux de résine par rapport aux tissus ou fibres est trop élevé et ne premet pas d'obtenir, pour les applications aéronautiques par exemple, des résistances et des rigidités spécifiques suffisantes.

La présente invention a pour but de proposer un procédé permettant d'obtenir une bonne imprégnation, un bon compactage du matériau et un taux volumique de résine par rapport aux fibres relativement faible, inférieur à 45%. En outre, le procédé proposé est relativement peu coûteux.

L'invention a ainsi pour objet un procédé de fabrication d'un stratifié constitué de renforts fibreux imprégnés de résine thermodurcissable, caractérisé par le fait que :

- a) on place les renforts dans un moule,
- b) on ferme le moule par une membrane souple, formant le fond d'un couvercle auquel elle est liée d'une manière étanche,
- 15 c) on effectue le vide entre le moule et la membrane souple,
  - d) on injecte la résine d'imprégnation dans le moule entre celui-ci et la membrane souple,
- e) on envoie, sous une pression de quelques bars, un fluide dans le couvercle, c'est-à-dire dans la chambre formée entre le couvercle et la membrane souple formant son fond et fermant le moule, tout en laissant la résine en excédent s'échapper par les canaux d'injection de résine et d'aspiration du vide.

Ainsi, le procédé selon l'invention permet à la fois d'avoir une excellente imprégnation grâce à l'injection de la résine sous vide, et ceci sans la nécessité d'avoir un contre-moule, mais un simple couvercle muni d'une membrane, utilisable pour toutes formes de moules, d'obtenir une bonne compaction grâce à la pression exercée d'une manière uniforme et dans toutes la direction en utilisant une membrane souple et un faible taux volumique de résine.

Selon les utilisations du stratifié fabriqué, la polymérisation au cours de l'opération e), pendant la compaction, est faite à température ambiante ou au contraire à une température égale ou supérieure à la température maximale d'utilisation du profilé, par exemple 200°C pour les pièces aéronautiques.

35 La polymérisation à chaud peut par exemple être faite, soit en

plaçant l'appareillage dans un four-étuve, soit en utilisant un moule chauffant, soit en utilisant comme fluide de pression, lors de l'opération sous e), un fluide chaud.

On va maintenant donner la description de l'invention en se référant au dessin annexé, comportant les figures 1 à 6, et montrant les différentes étapes du procédé.

La figure 1 montre un moule 1 posé sur un socle 2. Le moule 1 comporte un canal 3 pour permettre la liaison à une pompe à vide, et des canaux 4 pour l'injection de la résine. Au-dessus du moule 1 est situé un couvercle 5 dont le fond est fermé d'une manière étanche par une membrane souple 6 en élastomère. Le couvercle 5 comporte un orifice 7 muni d'un raccord 8 pour sa liaison avec une conduite d'alimentation en fluide sous pression. Un joint en élastomère 9 assure, lors de la fermeture du moule 1 par le couvercle 5, l'étanchéité avec la membrane souple 6.

Dans la figure 1, on voit ainsi le moule ouvert avec des plis de renfort 10 déposés dans le moule.

On ferme ensuite le moule : figure 2, la membrane 6 venant s'appuyer sur le joint 9 et fermant ainsi le moule.

Figure 3, on fait le vide dans le moule 1, entre le moule et la membrane souple 6 en aspirant par le canal 3 relié à une pompe à vide non représentée.

Les canaux 4 sont reliés à une conduite, non représentée, d'alimentation en résine, munie d'une vanne, non représentée, en position fermée. Symboliquement, on a placé un bouchon 11 en guise de vanne fermée.

Le vide s'établit donc dans le moule et la pression atmosphérique applique la membrane souple 6 contre les nappes de renfort 10. Eventuellement, par le raccord 8, on envoie un fluide à une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique : Pa +  $\Delta$  P .

Ensuite, figure 4, tout en maintenant le vide par le canal 3, on ouvre la vanne d'injection de résine qui pénètre dans les canaux 4. La pression d'injection Pi peut être légèrement supérieure à la pression atmosphérique et l'on maintient, par le raccord 8, entre la membrane souple 6 et le couvercle 5 une pression P légèrement supérieure à cette

pression d'injection Pi.

La résine remplit tout l'espace entre le moule et la membrane souple 6 en imprégnant parfaitement les plis de renforts 10. La résine est distribuée tout autour du moule 1, par exemple par un canal 5 périphérique 12.

Ensuite, figure 5, on envoie par le raccord 8 un fluide à une pression P de quelques bars afin d'assurer une bonne compaction du matériau, la résine en excédent s'échappe par les canaux 3 et 4, la pompe à vide ayant été, bien entendu, débranchée du canal 3.

Selon l'utilisation du stratifié fabriqué, la polymérisation s'effectue à température ambiante ou bien, si nécessaire, par exemple pour une utilisation en aéronautique, la polymérisation est effectuée à chaud, par exemple à 180°C, tout en maintenant la pression P de quelques bars, de l'ordre de 3 à 6 bars par exemple.

Pour ce faire, le fluide à la pression P envoyé par le raccord 8 peut être par exemple un fluide chaud. On peut encore placer l'ensemble du moule avec son couvercle dans un four-étuve, ou disposer d'un moule chauffant.

Une fois la polymérisation terminée, on ouvre le moule et on 20 extrait le stratifié 13 obtenu (figure 6).

Le procédé permet d'obtenir un matériau bien compacté et avec un taux de résine bien contrôlé.

## REVENDICATIONS

- 1/ Procédé de fabrication d'un stratifié (13) constitué de renforts fibreux (10) imprégnés de résine thermodurcissable, caractérisé par le fait que :
- 5 a) on place les renforts (10) dans un moule (1),
  - b) on ferme le moule par une membrane souple (6), formant le fond d'un couvercle (5) auquel elle est liée d'une manière étanche,
  - c) on effectue le vide entre le moule (1) et la membrane souple (6),
  - d) on injecte la résine d'imprégnation dans le moule, entre celui-ci et
- 10 la membrane souple,
  - e) on envoie, sous une pression P de quelques bars, un fluide dans le couvercle, c'est-à-dire dans la chambre formée par le couvercle et la membrane souple formant son fond et fermant le moule, tout en laissant
  - la résine en excédent s'échapper par les canaux d'injection de résine et
- 15 d'aspiration au vide, cette opération étant effectuée à chaud.
  - 2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'appareillage est mis pour cette opération dans un four-étuve.
  - 3/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le fluide
  - 20 utilisé lors de l'aspiration sous e) est un fluide chaud.
    - 4/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le moule est un moule chauffant.

